

DOCKET NO.: 256442US0XPCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Munehiro CHOSA

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/01544

INTERNATIONAL FILING DATE: February 14, 2003

FOR: AROMATIC POLYCARBONATE RESINS FOR OPTICAL DISK SUBSTRATES

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

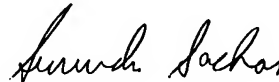
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Japan	2002-039757	18 February 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/01544. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

**22850**

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 03/01544

14.02.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 2月18日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-039757

[ST.10/C]:

[JP2002-039757]

出 願 人

Applicant(s):

出光石油化学株式会社

REC'D 11 APR 2003

WIPO

PCT

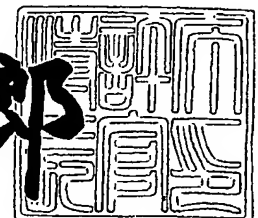
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 3月25日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



Best Available Copy

出証番号 出証特2003-3019945

【書類名】 特許願

【整理番号】 IP1402

【提出日】 平成14年 2月18日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 7/24

【発明の名称】 光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂

【請求項の数】 8

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目 6 番 1 号

    【氏名】 長佐 宗廣

【特許出願人】

    【識別番号】 000183657

    【氏名又は名称】 出光石油化学株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100078732

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 大谷 保

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 003171

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂

【特許請求の範囲】

【請求項1】 芳香族ポリカーボネート樹脂100質量部に対し、炭素数14～30の脂肪酸モノグリセリドを0.015～0.05質量部添加するとともに、25℃で測定した電気伝導率が $1\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下の水を添加して、該樹脂の含水量を0.05～0.3質量％に調節しながら、押出し成形し、冷却、切断してペレット化してなる粘度平均分子量(M<sub>v</sub>)が10,000～20,000である光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項2】 溶融押出しされた芳香族ポリカーボネート樹脂の冷却を、25℃で測定した電気伝導率が $1\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下の水を用いて行なう請求項1に記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項3】 芳香族ポリカーボネート樹脂の末端基の30モル％以上がp-クミルフェノキシ基及び／又はp-tert-オクチルフェノキシ基である請求項1に記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項4】 芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(M<sub>v</sub>)が、11,000～18,000である請求項1～3のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項5】 芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(M<sub>v</sub>)が、12,000～16,000である請求項1～3のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項6】 脂肪酸モノグリセリドの添加量が0.02～0.04質量部である請求項1～5のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項7】 脂肪酸モノグリセリドがステアリン酸モノグリセリドである請求項1～6のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂。

【請求項8】 芳香族ポリカーボネート樹脂の含水量が0.05～0.2質量％である請求項1～7のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボ

ネート樹脂。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光ビームの集光により情報の記録、再生又は記録、再生、消去等を行う高密度の光記録媒体に用いられる芳香族ポリカーボネート樹脂に関するものであり、更に詳しくは、本発明は、成形性、物性に優れたコンパクトディスク（音楽用CD、CD-ROM、CD-R及びCD-RW）、MO、MD及びデジタルバーサタイルディスク（DVD-ROM、DVD-R、DVD-RW及びDVD-RAM）等の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

光ディスク基板としては、芳香族ポリカーボネート樹脂、アクリル樹脂、エポキシ樹脂及びガラス等が用いられるが、射出成形によって微細な成形が容易で、大量生産に適すること等から樹脂が主として用いられている。

更に、光ディスク基板の耐衝撃性等の強度、更には透明性、耐熱性、低吸水性等の点から芳香族ポリカーボネート樹脂が用いられている。

【0003】

ところで、芳香族ポリカーボネート樹脂ペレットの溶融押出し成形時に光ディスク基板周囲に発生したバリは、離型時に金型と擦れて浮遊塵となり光ディスク基板表面に付着したり、金型に付着して次回の光ディスク基板の成形時に基板内に混入し、成形工程後の傷欠陥検査で異物又は光学的欠陥として検出され、光ディスク基板の歩留りを下げる原因となる。

バリの発生を抑制し、円滑な離型を実現するため、離型剤を芳香族ポリカーボネート樹脂に配合することは公知である。

例えば、特開平10-60105号公報には、炭素数14～30の脂肪酸モノグリセリドを0.06～0.1質量%含有する光ディスク基板用芳香族ポリカーボネートが開示されている。

## 【 0 0 0 4 】

## 【発明が解決しようとする課題】

炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドの添加量が 0 . 0 6 質量% 以上の場合、光ディスク基板の金型離型性が良好になることは当然である。

しかしながら、光ディスクは記録媒体として長期間、データを保存し続ける必要がある。

本発明者らの、9 0 ℃、湿度 9 0 % の恒温恒湿条件下における光ディスクを加速劣化させてその信頼性を確認したデータでは、炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドの添加量が 0 . 0 5 質量部を越えると、芳香族ポリカーボネート樹脂の加水分解による偏光白濁欠陥が促進される傾向はないが、樹脂の分子量が低下する傾向が認められており、情報記録の信頼性の低下につながる事が判明した。

従って、炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドの添加量は極力減らし、必要以上に添加すべきではない。

一方、離型剤が少なすぎると、光ディスク基板表面に霧がかかった様な離型斑(クラウド)が発生し、極端な場合は信号そのものにノイズとして悪影響を与えたり、金型よりの離型不良によるバリが発生し、バリが光ディスク基板表面に付着したり基板内部に混入したりして光学欠陥を増加させる。

従って、円滑な光ディスク基板の離型性と光ディスクの信頼性(例えば、信号の読み取りエラー等)確保の両立を考慮すると、炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドの添加量には一定の許容範囲があることが判明した。

## 【 0 0 0 5 】

又、芳香族ポリカーボネート樹脂を押出機により溶融押出し成形するペレットの製造方法において、離型剤として用いる炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドが変性し、脂肪酸モノグリセリドのカーボネート、脂肪酸ジグリセリド及び脂肪酸トリグリセリドが生成し、光ディスク基板の成形時の離型性が低下することも判明した。

## 【 0 0 0 6 】

更に、この炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドの変性を防止するには、

芳香族ポリカーボネート樹脂への水の添加が有効であることを見出した。

しかしながら、添加する水質によっては、押出し成形されたペレットを用いて得た光ディスク基板を 90℃、湿度 90% の恒温恒湿条件下における加速劣化させてその信頼性を確認したデータでは、芳香族ポリカーボネート樹脂の加水分解による偏光白濁欠陥の発生が促進されることも判明した。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者ら、成形時の歩留りが良く、且つ信頼性の高い光ディスク基板を得るべく鋭意努力検討した結果、芳香族ポリカーボネート樹脂に対し、炭素数 14～30 の脂肪酸モノグリセリドを特定範囲量添加するとともに、特定の電気伝導率の水を添加して、該樹脂の含水量を特定範囲に調節しながら、押出し成形すると、上記問題点が一挙に解決することを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】

即ち、本発明は、

(1) 芳香族ポリカーボネート樹脂 100 質量部に対し、炭素数 14～30 の脂肪酸モノグリセリドを 0.015～0.05 質量部添加するとともに、25℃で測定した電気伝導率が  $1\ \mu\text{S}/\text{cm}$  以下の水を添加して、該樹脂の含水量を 0.05～0.3 質量% に調節しながら、押出し成形し、冷却、切断してペレット化してなる粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が 10,000～20,000 である光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂、

(2) 溶融押出しされた芳香族ポリカーボネート樹脂の冷却を、25℃で測定した電気伝導率が  $1\ \mu\text{S}/\text{cm}$  以下の水を用いて行なう上記 1 に記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂、

(3) 芳香族ポリカーボネート樹脂の末端基の 30 モル% 以上が *p*-クミルフェノキシ基及び/又は *p*-tert-オクチルフェノキシ基である上記 1 に記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂、

(4) 芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が、11,000～18,000 である上記 1～3 のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂、

(5) 芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が、12,000～16,000である上記1～3のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂、

(6) 脂肪酸モノグリセリドの添加量が0.02～0.04質量部である上記1～5のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂、

(7) 脂肪酸モノグリセリドがステアリン酸モノグリセリドである上記1～6のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂及び

(8) 芳香族ポリカーボネート樹脂の含水量が0.05～0.2質量%である上記1～7のいずれかに記載の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂に関するものである。

#### 【0009】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂としては、末端基の30モル%以上がp-クミルフェノキシ基及び／又はp-tert-オクチルフェノキシ基であり、粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が10,000～20,000、好ましくは11,000～18,000、更に好ましくは12,000～16,000のものをを用いることが好ましい。

芳香族ポリカーボネート樹脂の基本構造としては、特に制限はなく種々のものが挙げられる。

通常、2価フェノールとカーボネート前駆体との反応により製造される芳香族ポリカーボネートを用いることができる。

即ち、2価フェノールとホスゲン等のカーボネート前駆体とを溶液法により反応させ、又は2価フェノールとジフェニルカーボネート等とをエステル交換法により反応させて製造されたものを使用することができる。

#### 【0010】

2価フェノールとしては、様々なものが挙げられるが、特に、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン〔ビスフェノールA〕、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,2



ービス（4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル）プロパン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス（4-ヒドロキシフェニル）シクロアルカン、ビス（4-ヒドロキシフェニル）オキシド、ビス（4-ヒドロキシフェニル）スルフィド、ビス（4-ヒドロキシフェニル）スルホン、ビス（4-ヒドロキシフェニル）スルホキシド、ビス（4-ヒドロキシフェニル）エーテル及びビス（4-ヒドロキシフェニル）ケトン等が挙げられる。

その他の2価フェノールとしては、ハイドロキノン、レゾルシン及びカテコール等が挙げられる。

これらの2価フェノールは、それぞれ単独で用いてもよいし、2種以上を混合して用いてもよい。

#### 【0011】

特に、好ましい2価フェノールとしては、ビス（ヒドロキシフェニル）アルカン系、特にビスフェノールA又はビスフェノールAを主原料としたものである。

又、カーボネート前駆体としては、カルボニルハライド、カルボニルエステル、又はハロホルメート、具体的にはホスゲン、2価フェノールのジハロホルメート、ジフェニルカーボネート、ジメチルカーボネート及びジエチルカーボネート等が挙げられる。

#### 【0012】

尚、ポリカーボネート樹脂は、分岐構造を有していてもよく、分岐剤としては、1, 1, 1-トリス（4-ヒドロキシフェニル）エタン、 $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\alpha''$ -トリス（4-ヒドロキシフェニル）-1, 3, 5-トリイソプロピルベンゼン、フロログリシン、トリメリット酸及びイサチンビス（オークレゾール）等がある。

#### 【0013】

又、本発明に用いる芳香族ポリカーボネート樹脂としては、ポリカーボネート部とポリオルガノシロキサン部を有する共重合体、又はこの共重合体を含有する芳香族ポリカーボネート樹脂であってもよい。

又、テレフタル酸等の2官能性カルボン酸、又はそのエステル形成誘導体等のエステル前駆体の存在下でポリカーボネートの重合を行うことによって得られるポリエステル-ポリカーボネート樹脂であってもよい。

## 【0014】

本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂としては、特定の末端基と粘度平均分子量 ( $M_v$ ) を有するものが好ましい。

芳香族ポリカーボネート樹脂の末端基の調整方法としては、通常、ポリカーボネート樹脂の製造時に、末端停止剤として各種フェノール類を用いて行うことができる。

ここで、フェノール類としては、フェノール、ジメチルフェノール、*p*-*tert*-ブチルフェノール、2, 6-ジメチル-4-*tert*-ブチルフェノール、*p*-*tert*-オクチルフェノール及び

-クミルフェノール等が用いることができる。

従って、芳香族ポリカーボネート樹脂としては、末端停止剤が反応した末端基、2価フェノールとしてのビスフェノールA末端を有することになる。

本発明では、これら全末端基の30モル%以上、好ましくは70モル%以上、より好ましくは90モル%以上が、*p*-クミルフェノール及び／又は

-*tert*-オクチルフェノールが反応した

-クミルフェノキシ基及び／又は

-*tert*-オクチルフェノキシ基であることが好ましい。

## 【0015】

従って、本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂は、*p*-クミルフェノキシ基を有する芳香族ポリカーボネート樹脂、*p*-*tert*-オクチルフェノキシ基を有する芳香族ポリカーボネート樹脂、又は他のフェノキシ基類を有する芳香族ポリカーボネート樹脂との混合物であって、芳香族ポリカーボネート樹脂の全末端基の内、*p*-クミルフェノキシ基及び／又は

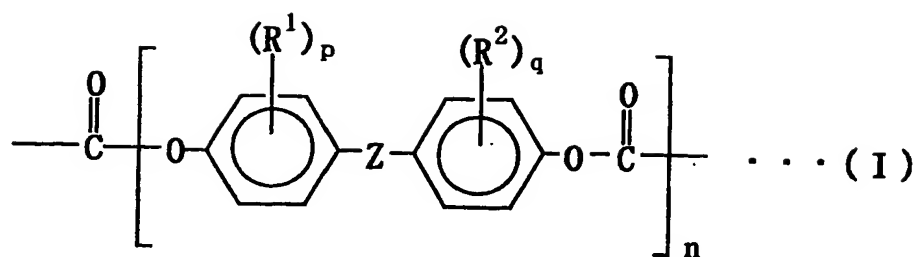
-*tert*-オクチルフェノキシ基が30モル%以上になるように選定することが好ましい。

## 【0016】

本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂としては、例えば、主鎖が、一般式 (I)

## 【0017】

【化1】



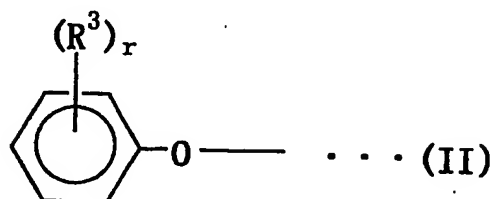
【0018】

(式中、 $R^1$ 又は $R^2$ は、それぞれハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基を示し、それらは互いに同一でも異なってもよく、Zは単結合、炭素数1～20のアルキレン基若しくはアルキリデン基、炭素数5～20のシクロアルキレン基若しくはシクロアルキリデン基、 $\text{---O---}$ 、 $\text{---S---}$ 、 $\text{---SO---}$ 、 $\text{SO}^2\text{---}$ 、又は $\text{---CO---}$ を示し、p及びqは、それぞれ0～4の整数、nは繰り返し数を示す。)

で表される構造を有するとともに、一般式 (II)

【0019】

【化2】



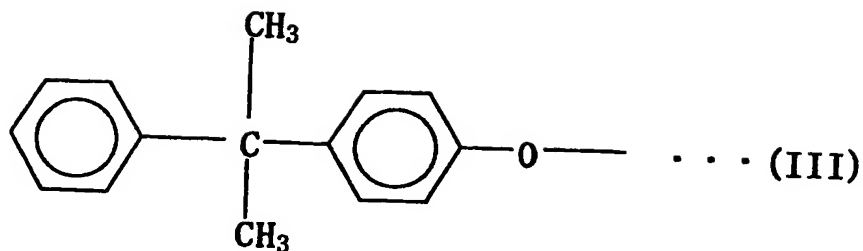
【0020】

(式中、 $R^3$ は、ハロゲン原子、炭素数1～20のアルキル基又は炭素数6～20のアリール基を示し、rは0～5の整数を示す。)

で表される末端基又は水酸基を有し、且つその末端基の少なくとも30モル%が、式 (III) 及び／又は式 (IV)

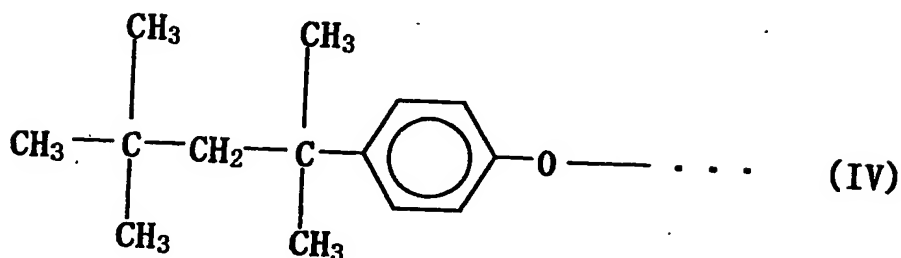
【0021】

【化 3】



【0022】

【化 4】



【0023】

で表されるものが好ましい。

本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂は、前記一般式 (I) において、 $R^1$ 又は $R^2$ は、それぞれハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又はフェニル基であることが好ましい。

ここで、ハロゲン原子としては、塩素、臭素、フッ素、ヨウ素原子が挙げられ、炭素数1～6のアルキル基としては、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよく、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基、*tert*-ブチル基、アミル基、イソアミル基、ヘキシル基、イソヘキシル基及びシクロヘキシル基等が挙げられる。

この $R^1$ 又は $R^2$ は、互いに同一でも異なってもよい。

又、 $R^1$ 又は $R^2$ がそれぞれ複数ある場合は、複数の $R^1$ 又は $R^2$ は同一でも異なってもよい。*p*及び*q*は、それぞれ0～4の整数である。

【0024】

そして、Zは単結合、炭素数1～20のアルキレン基若しくはアルキリデン基、炭素数5～20のシクロアルキレン基若しくはシクロアルキリデン基、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $SO^2-$ 、又は $-CO-$ を示し、p及びqは、それぞれ0～4の整数、nは繰り返し数を示す。

ここで、炭素数1～20のアルキレン基若しくはアルキリデン基としては、例えばメチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ペンチレン基、ヘキシレン基、エチリデン基及びイソプロピリデン基等が挙げられる。

又、炭素数4～20のシクロアルキレン基若しくはシクロアルキリデン基としては、例えば、シクロペンチレン基、シクロヘキシレン基及びシクロヘキシリデン基等が挙げられる。

nは、芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量が10,000～20,000の範囲にあるような数である。

#### 【0025】

更に、本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂は、前記一般式(II)で示される末端基又は水酸基を有するものであり、一般式(II)において、 $R^3$ はハロゲン原子、炭素数1～20のアルキル基及び炭素数6～20のアリール基であることが好ましい。

ハロゲン原子としては、塩素、臭素、フッ素及びヨウ素原子が挙げられ、炭素数1～20のアルキル基としては、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよく、例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、シクロペンチル基及びシクロヘキシル基等が挙げられる。

一方、炭素数6～20のアリール基としては、芳香環上に置換基を有しないものでもよく、低級アルキル基等の適当な置換基を有するものでもよい。

例えば、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基及びメチルナフチル基等が挙げられる。

rは0～5の整数を示し、 $R^3$ が複数ある場合は、複数の $R^3$ は同一でも異なってもよい。

又、この一般式 (II) で表わされる末端基は一種含まれていてもよく、2 種以上含まれていてもよい。

#### 【0026】

即ち、前記一般式 (III) 及び／又は (IV) で表される *p*-クミルフエノキシ基及び／又は *p*-tert-オクチルフエノキシ基は、全末端基に対して30モル%以上であることが好ましい。

又、他の末端基としては、*p*-tert-ブチルフエノキシ基及び／又はフェノキシ基が好ましく、少量の水酸基が含まれていてもよい。

#### 【0027】

更に、本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂は、その粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が、10,000~20,000、好ましくは11,000~18,000、より好ましくは12,000~16,000を満足するものが適している。

ここで粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が、10,000未満であると、強度、特に耐衝撃性が不十分となり、0.6mmと薄い基板の成形が困難となるとともに、基板自体の強度も実用上不十分となることがある。

又、20,000を越えると耐衝撃強度は十分となるが、薄い基板の成形、微小凹凸であるスタンパーの転写性が低下するとともに、基板の複屈折等の光学的性質が低下し、光ディスク基板としての性能を満足することが困難となることがある。

#### 【0028】

ここで、本発明における芳香族ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量 ( $M_v$ ) は、塩化メチレン100ccに芳香族ポリカーボネート樹脂約0.7gを20℃で溶解した溶液をウペローデ粘度計を用いて測定した比粘度 ( $\eta_{sp}$ ) を次式に挿入して求めたものである。

$$(\eta_{sp})/C = [\eta] + 0.45 \times [\eta]^2 C$$

$$[\eta] = 1.23 \times 10^{-5} M^{0.83}$$

(但し、 $[\eta]$  は極限粘度、 $C$  はポリマー濃度である。)

#### 【0029】

このため、耐衝撃性等の機械的物性と成形性・光学的特性等の物性と相反する

要求を共に満足することが必要となる。

従って、耐衝撃性等の基板特性が満足される範囲で、粘度平均分子量 ( $M_v$ ) の低い芳香族ポリカーボネート樹脂の選択が好ましい。

ここにおいて、本発明で用いることができる特定末端基を有する芳香族ポリカーボネート樹脂は、一般的に用いられるフェノキシ基又は *p*-tert-ブチルフェノキシ基のポリカーボネートに比較して、粘度平均分子量即ち溶融粘度と実用物性としての落錘衝撃強度の関係において、かなり低い粘度平均分子量においても十分な落錘衝撃強度を保持するものである。

又、後記の離型剤及びその添加量と相まって、光学特性に優れた光ディスク基板を高サイクルで成形することを可能にするものである。

#### 【 0 0 3 0 】

本発明の芳香族ポリカーボネート樹脂としては、全末端基中に占める水酸基の割合が 1 モル%以下、好ましくは 0.3 モル%以下であることが好ましい。

又、芳香族ポリカーボネート樹脂中の塩素やナトリウム又は微粒子不純物（塩化メチレン不溶成分）等は可能な限り洗浄、濾過、遠心分離等の精製・除去手段、溶融混練脱気工程等により低減したものが好ましい。

又、芳香族ポリカーボネート樹脂としては、アセトン溶媒でのソックスレー抽出成分である低分子量成分が、通常 10 質量%以下であることが好ましい。

#### 【 0 0 3 1 】

本発明の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂には、炭素数 14 ～ 30 の脂肪酸モノグリセリドを特定範囲で添加する必要がある。

ここで、炭素数 14 ～ 30 の脂肪酸モノグリセリドとしては、炭素数が 14 ～ 30 の脂肪酸とグリセリンのモノエステル化合物であり、例えば、パルミチン酸モノグリセリド、ステアリン酸モノグリセリド、アラキン酸モノグリセリド、ベヘン酸モノグリセリド及びモンタン酸モノグリセリド等が挙げられ、これらの混合物を用いることもできる。

脂肪酸モノグリセリドとしては、離型性効果の点より、ステアリン酸モノグリセリド及びベヘン酸モノグリセリドが好ましく、特に、ステアリン酸モノグリセリドが好ましい。

## 【0032】

これらの、脂肪酸モノグリセリドとしては、ナトリウム、塩素等の不純物の含有量が低いものの使用が、芳香族ポリカーボネート樹脂が、記録媒体として用いられる場合の長期安定性、特に高温高湿度下での安定性が見地から好ましい。

例えば、ナトリウム含有量が、質量として30ppm以下、特に20ppm以下であることが好ましい。

## 【0033】

この脂肪酸モノグリセリドの添加量は、0.015～0.05質量部、好ましくは0.020～0.04質量部の範囲である。

ここで、脂肪酸モノグリセリドの添加量が0.015質量部未満であると、光ディスク基板の離型性が劣り、光ディスク基板表面に離型斑が発生し易い。

又、0.05質量部を越えると、芳香族ポリカーボネート樹脂の分子量が低下する傾向があり、情報記録の信頼性の低下につながる。

## 【0034】

又、本発明の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂には、特定の品質の水を特定量含水させて、押出し成形する必要がある。

水の品質としては、25℃で測定した電気伝導率が1 $\mu$ S/cm以下の水である。

電気伝導率が1 $\mu$ S/cmを超えると、芳香族ポリカーボネート樹脂の加水分解による偏光白濁欠陥の発生が促進され、光ディスクの情報記録の信頼性低下につながる。

芳香族ポリカーボネート樹脂に対する電気伝導率が1 $\mu$ S/cm以下の水の添加量としては、0.05～0.3質量%、好ましくは、0.05～0.2質量%である。

添加量が0.05質量%未満では、離型剤として用いる炭素数14～30の脂肪酸モノグリセリドが変性し、脂肪酸モノグリセリドのカーボネート、脂肪酸ジグリセリド及び脂肪酸トリグリセリドが生成し、光ディスク基板の成形時の離型性が低下し易い。

添加量が0.3質量%を超えると、ポリカーボネート樹脂が加水分解を起した



り、成形性の悪化（押出し樹脂量の低下）につながる場合がある。

更に、溶融押出しされた芳香族ポリカーボネート樹脂の冷却を、25℃で測定した電気伝導率1  $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下の水を用いると、光ディスク基板にクレーズ等の発生がなく、品質が更に向上する。

#### 【0035】

又、本発明の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂には、本発明の目的が損なわれない範囲で、所望により各種安定剤、着色剤等を含むことができる。

安定剤としては、亜リン酸エステル、リン酸エステル等のリン系安定剤が好ましく用いられる。

亜リン酸エステルとしては、例えば、トリフェニルホスファイト、トリスノニルフェニルホスファイト、トリス（2，4-ジ-tert-ブチルフェニル）ホスファイト、トリノリルホスファイト、トリデシルホスファイト、トリオクチルホスファイト、トリオクタデシルホスファイト、ジステアシルペンタエリスリトールジホスファイト、トリシクロヘキシルホスファイト、モノブチルジフェニルホスファイト、モノオクチルジフェニルホスファイト、ビス（2，6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、2，2-メチレンビス（4，6-ジ-tert-ブチルフェニル）オクチルホスファイト及びテトラキス（2，4-ジ-tert-ブチルフェニル）-4，4-ジフェニレンホスフォナイト等の亜リン酸のトリエステル、ジエステル及びモノエステル等が挙げられる。

中でも、トリスノニルフェニルホスファイト、トリス（2，4-ジ-tert-ブチルフェニル）ホスファイト及びジステアシルペンタエリスリトールジホスファイト等が好ましい。

#### 【0036】

リン酸エステルとしては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリス（ノニルフェニル）ホスフェート及び2-エチルフェニルジフェニルホスフェート等が挙げられる。

これらリン系安定剤は単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせてもよい。

#### 【0037】

これらリン系安定剤の含有量は、リン原子に換算して、0.001～0.02質量%の範囲が適当である。

ここで、含有量が0.001質量%未満では安定化効果である樹脂安定性への寄与が少なく、又、0.02質量%を越えると、光ディスク基板の長期における劣化の原因となる場合がある。

従って、これらリン系安定剤の含有量は、ペレットの製造時、光ディスク基板の成形時の熱安定性を確保するための最低限度の添加量とすることが好ましい。

#### 【0038】

本発明の光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂は、芳香族ポリカーボネート樹脂に、炭素数14～30の脂肪酸モノグリセリドを特定量添加し、必要により他の添加剤成分を加えるとともに、25℃で測定した電気伝導率が $1\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下の水を添加して、該樹脂の含水量を0.05～0.3質量%に調節しながら、溶融混練することにより、まず樹脂ペレットを製造する。

ついで、これを成形原料として、溶融押出し成形により、光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂を成形するものである。この場合、金型に超音波を作用させることもできる。

#### 【0039】

成形条件としては、樹脂温度は340～400℃、好ましくは350～390℃、金型温度は80～140℃、好ましくは90～130℃である。

これらの温度条件で、直径120mm、厚み0.6mmの金型キャビティにスタンパーを有する成形金型に溶融樹脂を射出することにより成形される。

成形サイクルは、通常3～10秒、好ましくは3～9秒である。

#### 【0040】

##### 【実施例】

##### 〔芳香族ポリカーボネート樹脂の製造例〕

PC-A：5質量%水酸化ナトリウム水溶液400リットルに、ビスフェノー

ル A 6 0 k g を溶解し、ビスフェノール A の水酸化ナトリウム水溶液を調製した。

この室温のビスフェノール A の水酸化ナトリウム水溶液を、1 3 8 リットル／時間の流量で、又、塩化メチレンを 6 9 リットル／時間の流量で、径 1 0 m m、長さ 1 0 m の管型反応器にオリフィス板を通して導入し、これにホスゲンを並流して 1 0 . 7 k g ／時間の流量で吹き込み、3 時間連続的に反応させた。

尚、反応液の排出温度を 2 5 ℃、排出液の p H は 1 0 ～ 1 1 になるように調整した。得られた反応液を静置し、水相を分離除去し、塩化メチレン相（2 2 0 リットル）を採取し、ポリカーボネートオリゴマーを得た。

#### 【 0 0 4 1 】

このオリゴマー 1 0 リットルに、p - クミルフェノール 1 6 6 . 7 g を溶解させ、これに、水酸化ナトリウム水溶液（NaOH : 7 5 g、水 : 1 . 0 リットル）とトリエチルアミン 1 . 1 7 ミリリットルを加え、3 0 0 r p m で常温で 3 0 分攪拌した。

ついで、塩化メチレン 8 リットル及びビスフェノール A の水酸化ナトリウム水溶液（ビスフェノール A : 6 0 7 g、NaOH : 3 2 0 g、水 : 5 リットル）を加え、5 0 0 r p m で常温にて 1 時間攪拌した。

その後、塩化メチレン 5 リットル及び水 5 リットルを加え、5 0 0 r p m で室温にて 1 0 分間攪拌した。攪拌停止後、静置分離し有機相を得た。

この有機相を 0 . 0 3 規定の水酸化ナトリウム水溶液 5 リットルでアルカリ洗浄、0 . 2 規定の塩酸 5 リットルで酸洗浄及び水 5 リットルで水洗（二回）を順次行った。塩化メチレンを留去し、乾燥してフレーク状の芳香族ポリカーボネート樹脂（A）を得た。

尚、NMR 測定により末端基の略 1 0 0 モル % が、p - クミルフェノキシ基であった。

#### 【 0 0 4 2 】

PC - B : 前記 PC - A の製造において、p - クミルフェノール 1 6 6 . 7 g の代わりに、p - t e r t - オクチルフェノール 1 6 2 . 0 g を用いた以外は、同様な方法により芳香族ポリカーボネート樹脂（B）を得た。

末端基の略100モル%がp-tert-オクチルフェノキシ基であった。

【0043】

PC-C：前記PC-Aの製造において、p-クミルフェノール166.7gの代わりに、p-tert-ブチルフェノール118.0gを用いた以外は、同様な方法により芳香族ポリカーボネート樹脂(C)を得た。

末端基の略100モル%が、p-tert-ブチルフェノキシ基であった。

以下、本発明を実施例及び比較例により、詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0044】

実施例1、4、比較例1～3

芳香族ポリカーボネート樹脂PC-Aに、0.028質量部のステアリン酸モノグリセリド(SMと略称することがある。)、0.004質量%のトリス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイト及び25℃で測定した電気伝導率が0.9 $\mu$ S/cmの水を所定量加えブレンドし、255℃で二軸押出成形機にて溶融混練し、光ディスク基板を成形するための芳香族ポリカーボネート樹脂ペレットを得た。

このペレットを用いて、成形金型〔直径：120mm、厚み：0.6mm、ビット深さ：140nmのDVD-ROM用スタンパー〕を用い、樹脂温度：370℃、金型温度：100℃、成形サイクル：5.3秒の条件で光ディスク基板を成形した。実験条件を表1-1に示す、

【0045】

成形した芳香族ポリカーボネート樹脂光ディスク基板を、下記により評価した結果を表1-2に示す。

1. 芳香族ポリカーボネート樹脂ペレット中のステアリン酸モノグリセリド(SM)の残存量

水を添加しないと、ステアリン酸モノグリセリドからステアロイルオキシエチレンカーボネート、ステアリン酸ジグリセリド及びステアリン酸トリグリセリド等の変性体が生成することが確認された。

2. 離型性：成形状況を目視観察した。

○：全く問題なく離型。△：やや問題がある。×：問題あり

尚、ここでやや問題があるとは、光ディスク基板又はスプルーの離型不良によりロボットが金型から光ディスク基板の取り出しに失敗し成形機が停止することを指す。

### 3. 耐湿熱性

光ディスク基板を温度：90℃、湿度：90%の恒温恒湿条件下で、1,000時間加速劣化試験した後の、粘度平均分子量を測定して評価した。

第1-2表より、25℃で測定した電気伝導率が0.9  $\mu\text{S}/\text{cm}$ の水の添加量が特定範囲において、離型剤であるステアリン酸モノグリセリドが変性せず、離型性が優れている。

又、耐湿熱性にも優れ、芳香族ポリカーボネート樹脂が加水分解しないため、情報記録の信頼性にも優れていることが明らかである。

【0046】

#### 実施例2

芳香族ポリカーボネート樹脂PC-Aの代わりに、芳香族ポリカーボネート樹脂PC-Bを用いた以外は、実施例1と同様にして芳香族ポリカーボネート樹脂ペレットを得、このペレットを用いて、光ディスク基板を成形した。

実験条件を表1-1、評価した結果を表1-2に示す。

【0047】

#### 実施例3

芳香族ポリカーボネート樹脂PC-Aの代わりに、芳香族ポリカーボネート樹脂PC-Cを用いた以外は、実施例1と同様にして芳香族ポリカーボネート樹脂ペレットを得、このペレットを用いて、光ディスク基板を成形した。

実験条件を表1-1、評価した結果を表1-2に示す。

【0048】

#### 実施例5、比較例4～7

芳香族ポリカーボネート樹脂として、PC-Aを用い、ステアリン酸モノグリセリドは添加しないで光ディスク基板を成形する樹脂ペレットを実施例1に準じて得た。

このペレット 100 g に対し、25℃での電気伝導率を変えた水を 1 ミリリットル添加し、プレス成形(プレス温度 230℃、プレス圧力最大 100 kg/cm<sup>2</sup>) し、得られた光ディスク基板(約 100 mmφ、0.5 mm厚)を、TABAI-ESPEC 社製恒温恒湿槽を用い、90℃、90%RH なる条件下にて 100 時間加速劣化試験を行なった。

試験終了後、光ディスク基板を光学偏光顕微鏡を用いて、芳香族ポリカーボネート樹脂の加水分解による偏光白濁欠陥の発生個数を観察した。

その評価結果を第 2 表に示す。

表 2 より、25℃で測定した電気伝導率が 1 μS/cm 以下の水を用いる必要があることが分かる。

【0049】

【表 1】

表 1 - 1

	原料組成			溶融押出前 の PC 含水率	PC への 水添加量
	ポリカーボネート(PC)		SM 含有量		
	種類	分子量	ppm	ppm	ppm
実施例 1	PC-A	14200	280	400	1000
実施例 2	PC-B	14200	280	400	1000
実施例 3	PC-C	14200	280	400	1000
実施例 4	PC-A	14000	280	400	800
比較例 1	PC-A	14200	280	400	なし
比較例 2	PC-B	14200	280	400	なし
比較例 3	PC-C	14200	280	400	なし

【0050】

【表 2】

表 2-2

	ペレット中のSM残存量		成形性		耐湿熱性		
	SM ppm	SM変性体 ppm	離型性	歩留り	処理前分 子量(Mv)	処理後分 子量(Mv)	$\Delta Mv$
実施例1	250	0	○	99	14200	14200	0
実施例2	210	0	○	97	14200	14100	100
実施例3	220	0	○	98	14200	14200	0
実施例4	220	微量	○	98	14000	13900	100
比較例1	40	140	×	84	14200	14000	200
比較例2	50	110	×	93	14200	14000	200
比較例3	30	120	×	96	14200	13900	300

【0051】

【表 3】

表 2

	添加した水の 電気伝導率	基板に発生した偏光 白濁欠陥の数 (n=5)
実施例5	0.9 $\mu$ S/cm	10個
比較例4	11 $\mu$ S/cm	100個
比較例5	100 $\mu$ S/cm	1000個
比較例6	1mS/cm	10000個
比較例7	100m $\mu$ S/cm	多数、測定不可

【0052】

【発明の効果】

本発明によれば、光ディスク基板の長期データ保存に対する信頼性が向上する

。更に、溶融押出し成形条件幅が拡大するため、成形サイクルが向上し、成形における歩留り改善による生産効率も向上し、コスト低減を図ることができる。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 成形時の歩留りが良く、且つ信頼性の高い光ディスク基板を得るための芳香族ポリカーボネート樹脂を提供する。

【解決手段】 芳香族ポリカーボネート樹脂 1 0 0 質量部に対し、炭素数 1 4 ～ 3 0 の脂肪酸モノグリセリドを 0 . 0 1 5 ～ 0 . 0 5 質量部添加するとともに、2 5 ℃で測定した電気伝導率が 1  $\mu$ S / c m 以下の水を添加して、該樹脂の含水量を 0 . 0 5 ～ 0 . 3 質量％に調節しながら、押出成形し、冷却、切断してペレット化してなる粘度平均分子量 ( $M_v$ ) が 1 0 , 0 0 0 ～ 2 0 , 0 0 0 である光ディスク基板用芳香族ポリカーボネート樹脂である。

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000183657]

1. 変更年月日	2000年 6月30日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都墨田区横網一丁目6番1号
氏 名	出光石油化学株式会社